

EJV

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le **05 JAN. 1999**

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

## PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

### SIEGE

26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS Cédex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04  
Télécopie : 01 42 93 59 30

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Réservé à l'INPI

<b>DATE DE REMISE DES PIÈCES</b> 30 JAN. 1998 <b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b> 98 01061 - <b>DÉPARTEMENT DE DÉPÔT</b> <i>JK</i> <b>DATE DE DÉPÔT</b> 30 JAN. 1998		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b>  BREVATOME 25 rue de Ponthieu 75008 PARIS 422-5/S002									
<b>2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle</b> <input checked="" type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> demande divisionnaire <input type="checkbox"/> certificat d'utilité <input type="checkbox"/> transformation d'une demande de brevet européen <input type="checkbox"/> demande initiale		n° du pouvoir permanent B 12981.37 JL 01 53 83 94 00 DD 1750									
<b>Établissement du rapport de recherche</b> <input type="checkbox"/> différé <input checked="" type="checkbox"/> immédiat Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance <input type="checkbox"/> oui <input type="checkbox"/> non											
<b>Titre de l'invention (200 caractères maximum)</b>  SUBSTRAT COMPLIANT EN PARTICULIER POUR UN DEPOT PAR HETERO-EPITAXIE.											
<b>3 DEMANDEUR (S)</b> n° SIREN code APE-NAF Nom et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination  COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE Etablissement de Caractère Scientifique Technique et Industriel.		Forme juridique									
Nationalité (s) Française		Pays									
Adresse (s) complète (s)  31,33 rue de la Fédération 75015 PARIS		FRANCE									
En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre <input type="checkbox"/>											
<b>4 INVENTEUR (S)</b> Les inventeurs sont les demandeurs <input type="checkbox"/> oui <input checked="" type="checkbox"/> non Si la réponse est non, fournir une désignation séparée											
<b>5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b> <input type="checkbox"/> requise pour la 1ère fois <input type="checkbox"/> requise antérieurement au dépôt ; joindre copie de la décision d'admission											
<b>6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE</b> <table border="1"> <thead> <tr> <th>pays d'origine</th> <th>numéro</th> <th>date de dépôt</th> <th>nature de la demande</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> </tbody> </table>				pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande				
pays d'origine	numéro	date de dépôt	nature de la demande								
<b>7 DIVISIONS</b> antérieures à la présente demande n° date n° date		n° date									
<b>8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (nom et qualité du signataire - n° d'inscription)  J. LEHU (422-5/S002) <i>WJn</i>		SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION SIGNATURE APRÈS ENREGISTREMENT DE LA DEMANDE À L'INPI <i>[Signature]</i>									



# BREVET D'INVENTION, CERTIFICAT D'UTILITE

## DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 Paris Cédex 08  
Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

B 12981.3/JL

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

98 01061 du 30.01.98

### TITRE DE L'INVENTION :

**SUBSTRAT COMPLIANT EN PARTICULIER POUR UN DEPOT PAR  
HETERO-EPITAXIE.**

### LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

J. LEHU  
c/o BREVATOME  
25 rue de Ponthieu  
75008 PARIS

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

Bernard ASPAR

110, Lotissement Le Hameau des Ayes  
38140 RIVES

Michel BRUEL

Presvert n°9  
38113 VEUREY

Eric JALAGUIER

205, chemin des Roux  
Le Penet  
38240 ST MARTIN D'URIAGE

Hubert MORICEAU

26 rue du Fournet  
38120 ST EGREVE.

FRANCE

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

PARIS le 4 Février 1998

J. LEHU (422-5/S002)

# SUBSTRAT COMPLIANT EN PARTICULIER POUR UN DEPOT PAR HETERO-EPITAXIE

## Domaine technique

5                    La présente invention concerne un substrat  
compliant, c'est-à-dire un substrat capable d'accepter  
des contraintes induites par une structure qui y adhère  
et qui peut être une couche déposée sur une surface de  
ce substrat par hétéro-épitaxie de telle façon que  
10 cette couche souffre le moins possible des contraintes.  
Elle concerne également les procédés d'obtention de  
tels substrats.

## Etat de la technique antérieure

15                    Les applications électroniques et  
optoélectroniques demandent un nombre croissant de  
matériaux semiconducteurs et en particulier de  
semiconducteurs composés comme par exemple ceux du type  
20 III-V. Cependant, actuellement on ne sait fabriquer des  
substrats massifs que pour certains semiconducteurs  
tels que par exemple le silicium, l'arséniure de  
gallium, le carbure de silicium et le phosphore  
d'indium. Pour d'autres semiconducteurs la solution  
25 retenue est la croissance hétéro-épitaxiale sur un  
substrat dont le réseau cristallin est adapté à celui  
de la couche semi-conductrice à faire croître.

Cependant, cette contrainte d'adaptation  
des paramètres de maille au niveau de l'interface de  
30 croissance entre couche et substrat limite sévèrement  
le nombre et la diversité des couches que l'on peut  
ainsi faire croître, car il n'est que rarement possible  
de trouver le substrat dont le réseau soit adapté à la  
couche désirée. Ainsi, par exemple, il n'existe pas de

substrats massifs parfaitement adaptés à la croissance hétéro-épitaxiale de GaN, de AlN et InN.

L'utilisation de substrats mal adaptés conduit à la croissance de couches de très mauvaise  
5 qualité. En particulier, dès que l'épaisseur de la couche dépasse une valeur critique d'autant plus faible que les réseaux sont désadaptés, les contraintes se relâchent dans la couche hétéro-épitaxiale par création de défauts de structures (en particulier des  
10 dislocations).

Pour s'affranchir de ces problèmes, les spécialistes de l'épitaxie sur substrats épais ont utilisé des techniques de croissance incluant la réalisation d'un empilement de couches tampons dont  
15 l'objectif est de permettre d'absorber les contraintes induites par la différence de paramètres de maille entre le substrat et la couche épitaxiée principalement dans le plan d'épitaxie et par la différence de coefficients de dilatation thermique entre les deux  
20 matériaux. Dans ce dernier cas, la température d'élaboration de la couche épitaxiée est également un paramètre à prendre en compte. Cet empilement de couches tampons se termine par une couche superficielle servant alors à la germination de la couche épitaxiée  
25 qui est la couche désirée. Cependant, même en utilisant tout ce savoir-faire, les matériaux obtenus contiennent toujours des défauts cristallins et ont souvent des qualités insuffisantes pour la réalisation de dispositifs optoélectroniques et/ou électroniques.

30 Pour remédier à ce problème, différentes études sur le substrat compliant ont été menées. On peut citer à titre d'exemple l'article "New Approach to Grow Pseudomorphic Structures over the Critical

Thickness" par Y.H. LO paru dans la revue Appl. Phys. Lett. 59 (18), 28 octobre 1991. Dans ce domaine, le substrat compliant est par essence un substrat cristallin dont la maille cristalline (paramètre de maille) n'est pas nécessairement adapté à la couche que l'on veut faire croître, mais qui possède la propriété, lorsque l'on fait croître la couche hétéro-épitaxiale, de relaxer les contraintes liées à la croissance de la couche, dans le substrat compliant lui-même ou à l'interface, au lieu de laisser les contraintes se relaxer dans la couche hétéro-épitaxiale. On obtient ainsi des couches hétéro-épitaxiales de très grande qualité et dans le principe, le substrat compliant permet la croissance de tout type de couche sur un réseau cristallin.

On peut classer la réalisation de substrats compliants selon trois groupes.

Un premier groupe se rapporte à un substrat très fin (quelques nm) et autoporteur, ce qui est très difficile à réaliser et même quasiment impossible si l'on veut obtenir de grandes surfaces. On pourra se reporter à ce sujet à l'article "Lattice Engineered Compliant Substrate for Defect-free Hetero-epitaxial Growth" de F.E. EJECKAM et al., paru dans la revue Appl. Phys. Lett. 70 (13), 31 mars 1997.

Un deuxième groupe se rapporte à une structure SOI (Semiconducteur-Sur-Isolant) sur un substrat. Dans cas, le film obtenu est très fin et la couche isolante sous-jacente est susceptible de se déformer sous l'effet de la température pendant la croissance du film mince.

Un troisième groupe se rapporte à une structure du type dit "twist bonding" dans la

terminologie anglo-saxonne. Dans ce cas, le film mince, permettant la relaxation des contraintes appelée par la suite compliance, est réalisé au moyen d'un collage, par adhésion moléculaire, de deux substrats cristallins de même type, dont les réseaux cristallins sont désorientés, et en amincissant l'un d'eux jusqu'à ne laisser qu'une couche très fine. On pourra se reporter à ce sujet à l'article "Dislocation-free InSb Grown on GaAs Compliant Universal Substrates" de F.E. EJECKAM et al., paru dans la revue Appl. Phys. Lett. 71 (6), 11 août 1997. Ce collage avec désorientation induit au voisinage de l'interface la formation de dislocations qui se retrouvent dans la couche amincie, rendant celle-ci capable d'accommoder les contraintes lorsque l'on fait croître une couche hétéro-épitaxiale dessus.

Ces substrats compliants selon l'art connu présentent certaines limitations dans leur utilisation. Pour le film autoporteur, la limitation réside dans la difficulté ou la quasi-impossibilité de réaliser un film de quelques nm sur une surface de plusieurs  $\text{mm}^2$  et à fortiori de plusieurs dizaines de  $\text{cm}^2$ . En effet, il n'existe pas de matériau suffisamment rigide à ces épaisseurs pour être manipulé. Pour la structure SOI, la limitation réside dans l'imparfaite compliance du substrat. En effet, celle-ci est liée à la capacité de l'isolant de se déformer (voire de fluer) pour pouvoir absorber des contraintes. Pour arriver à ce résultat, on doit avoir recours à des traitements thermiques à des températures élevées et/ou à des compositions adaptées (par exemple, dopage B et P dans le cas d'un isolant de type  $\text{SiO}_2$ ). Ces traitements thermiques ne sont pas toujours compatibles avec la couche à épitaxier. Pour le troisième groupe de substrats, la



difficulté est d'obtenir un collage sur une grande surface sans défaut et d'amincir la couche jusqu'à une très faible épaisseur. De plus, cette technique demande un très bon contrôle de la désorientation cristalline entre les deux substrats si l'on veut bien maîtriser le nombre et la nature des dislocations qui donnent le caractère compliant à ce type de structure.

Il est connu par ailleurs qu'une liaison intime entre deux matériaux peut être obtenue par adhésion moléculaire. Plusieurs cas peuvent se rencontrer en fonction des terminaisons présentes en surface au moment du collage. On parle par exemple de collage hydrophile ou hydrophobe.

L'hydrophilie de la surface est généralement obtenue à l'aide de nettoyages chimiques dont l'objectif est de saturer la surface en groupements hydroxyles OH (par exemple pour le silicium une densité surfacique de  $4,6/\text{nm}^2$ ). Des molécules d'eau peuvent alors s'adsorber naturellement sur ces sites. La mise en contact de deux surfaces, ainsi préparées, entraîne leur adhésion par l'intermédiaire d'une interaction entre les films d'eau via des liaisons hydrogène générant ainsi une énergie de collage significative ( $0,1 \text{ J/m}^2$  dans le cas d'un collage oxyde de silicium - oxyde de silicium) dès la température ambiante. Les traitements thermiques postérieurs permettent un renforcement de celui-ci du fait d'une évolution des liaisons présentes à l'interface. Ainsi, dans le cas de collage  $\text{SiO}_2\text{-SiO}_2$ , lors de traitements thermiques à basse température, typiquement inférieure à  $300^\circ\text{C}$ , la diffusion de l'eau entraîne le rapprochement des deux surfaces et la création de liaisons hydrogènes entre les groupements hydroxyles en

vis-à-vis ainsi que l'apparition des premières liaisons Si-O-Si. L'énergie de collage augmente alors régulièrement avec la température pour atteindre une énergie de collage de  $2 \text{ J/m}^2$  à  $900^\circ\text{C}$ .

5                    Par opposition, dans le cas d'un collage hydrophobe (c'est-à-dire un collage qui ne met pas en jeu des molécules d'eau ou des groupements hydroxyles), les surfaces sont généralement décapées avant collage de façon à éliminer tout l'oxyde natif. Les surfaces  
10 utilisées laissent alors les surfaces saturées principalement en terminaisons Si-H par exemple pour du silicium. La tenue du collage n'est assurée que par une attraction de type Van der Waals et les énergies de collage alors mesurées à la température ambiante dans  
15 le cas d'un collage silicium-silicium (environ  $10 \text{ mJ/m}^2$ ) correspondent bien au calcul théorique. Lors d'une montée en température des liaisons Si-Si sont formées par reconstruction des deux surfaces en contact.

20                    Ce mécanisme de collage peut se produire pour la majorité des matériaux à partir du moment où ils ont une rugosité et une planéité suffisamment faibles. Ces deux procédés utilisés montrent bien qu'il est possible de contrôler les forces de collage entre  
25 les différents matériaux mis en contact en fonction des traitements de surface, des traitements thermiques effectués et de la rugosité de surface. Un exemple de l'évolution de cette énergie de collage est donnée dans l'article "Mechanism for Silicon Direct Bonding" par Y.  
30 BACKLUND et al., paru dans la revue J. Micromech. Microeng. 2 (1992), pages 158-160 (voir en particulier la figure 1). Cette énergie de collage est déterminée par une méthode mettant en jeu la propagation d'une

fissure au niveau de l'interface de collage sous l'effet de l'introduction d'une lame au niveau de l'interface de collage et parallèlement à cette interface.

5                    Dès 1989, certains auteurs mentionnent la possibilité d'utiliser l'adhésion moléculaire pour réaliser un collage entre un film multicouche de GaAs/InGaAs/GaAs, réalisé auparavant sur un substrat bien adapté vis-à-vis de cette structure, et un support  
10 de silicium oxydé. Une préparation de surface spécifique permet d'obtenir de faibles forces de collage. Ces conditions d'adhérence entre les deux structures, qui ne doivent pas être dégradées, sont telles que si une variation de température a lieu, des  
15 forces de cisaillement qui conduisent au glissement du film multicouche par rapport au substrat en silicium apparaissent, entraînent la relaxation des contraintes. On peut se référer à ce sujet à l'article "Characterization of Thin AlGaAs/InGaAs/GaAs  
20 Quantum-well Structures Bonded Directly to SiO<sub>2</sub>/Si and Glass Substrates" par J.F. KLEM et al., paru dans la revue J. Appl. Phys. 66 (1), 1<sup>er</sup> juillet 1989.

                  Il est également connu, par exemple par le document FR-A-2 681 472, que l'implantation par  
25 bombardement de gaz rare ou d'hydrogène dans un matériau semiconducteur, ou dans un matériau solide cristallin ou non (cf. FR-A-2 748 850), est susceptible de créer des microcavités ou microbulles à une profondeur voisine de la profondeur moyenne de  
30 pénétration des espèces implantées. La morphologie (dimension, forme, ...) de ces défauts peut évoluer au cours de traitements thermiques, en particulier ces cavités peuvent voir leurs tailles augmenter. Suivant

la nature du matériau et surtout suivant ses propriétés mécaniques, ces cavités peuvent induire, suivant les conditions de traitement thermique, des déformations en surface nommées "blisters" dans la terminologie anglo-saxonne. Les paramètres les plus importants à 5 contrôler pour obtenir ces déformations sont la dose de gaz introduite au cours de l'implantation, la profondeur à laquelle les espèces gazeuses sont implantées et le budget thermique fourni au cours de 10 l'implantation. A titre d'exemple, une implantation d'hydrogène dans une plaque de silicium à une dose de  $3.10^{16} \text{ H}^+/\text{cm}^2$ , pour une énergie de 40 keV, crée une couche enterrée continue de microcavités d'environ 150 nm d'épaisseur, à une profondeur moyenne de 330 nm. 15 On entend par couche continue une couche contenant des microcavités réparties de façon homogène sur une certaine épaisseur. Ces microcavités sont de forme allongée (d'où leur nom de "platelets" en anglais). Elles possèdent par exemple une taille de l'ordre de 20 6 nm en longueur et de deux plans atomiques en épaisseur. Si un traitement thermique est effectué à 700°C durant 30 minutes, les microcavités grossissent et voient leurs tailles passer par exemple de l'ordre de 6 nm à plus de 50 nm en longueur et de quelques 25 plans atomiques à 4-6 nm en épaisseur. Par contre, aucune perturbation de la surface implantée n'est observée. En effet, la taille et la pression à l'intérieur de ces cavités ne sont pas suffisantes pour induire des déformations en surface. On se trouve alors 30 en présence d'une couche continue de défauts enterrés avec une zone contenant des microfissures (ou microcavités ou microbulles) mais sans aucune dégradation de la surface.

La présence de microcavités est observée également dans le cas d'une implantation réalisée par bombardement d'hélium à la profondeur moyenne d'implantation  $R_p$  dans un substrat, par exemple en silicium. Les cavités obtenues dans ce cas sont présentes même à des températures de recuit de l'ordre de  $1000^{\circ}\text{C}$ . Ces défauts fragilisent fortement le matériau en profondeur.

#### 10 Exposé de l'invention

Afin de remédier aux inconvénients de l'art antérieur, il est proposé, selon la présente invention, un substrat compliant offrant une couche mince d'un matériau destiné à servir de germe à la croissance par épitaxie d'un autre matériau. Cette couche mince est reliée au reste du substrat par une zone de liaison, que l'on peut qualifier de zone enterrée, telle que la couche mince et/ou la zone de liaison accommode tout ou partie des contraintes provoquées lors de la croissance en épitaxie du matériau épitaxié, évitant ainsi de répercuter ces contraintes dans le matériau épitaxié.

Le caractère compliant d'une telle structure vis-à-vis d'un matériau déposé ensuite réside dans la prise en compte des différences de paramètre de maille, de coefficient de dilatation thermique et de la présence de la zone enterrée. Par définition, l'objet de cette structure compliant est d'accommoder les contraintes du film de matériau déposé par une relaxation de celles-ci dans la zone enterrée mais aussi éventuellement dans la couche mince.

Une variante du procédé consiste à introduire dans le film mince superficiel un élément étranger pour modifier les paramètres

cristallographiques de la couche mince constituant le film germe pour l'épitanie et par conséquent d'en modifier l'état de contrainte avant la croissance épitaniale de la couche à obtenir.

5 Il est apparu également qu'un tel substrat compliant peut dans son principe être utilisé pour l'absorption de contraintes dues à d'autres causes qu'une croissance d'un matériau par épitanie. En fait, ce substrat compliant peut être utilisé pour recevoir  
10 une structure quelconque amenant des contraintes.

L'invention a donc pour objet un substrat compliant comprenant un support et au moins une couche mince, formée en surface dudit support et destinée à recevoir, de manière solidaire, une structure amenant  
15 des contraintes, le support et la couche mince étant reliés l'un à l'autre par une zone de liaison telle que les contraintes amenées par ladite structure sont tout ou partie absorbées par la couche mince et/ou par la zone de liaison.

20 La zone de liaison peut être une couche de défauts, par exemple une couche de microcavités. La couche de défauts peut être créée par implantation par bombardement d'une ou de plusieurs espèces gazeuses. Ces espèces gazeuses peuvent être choisies parmi les  
25 gaz rares, l'hydrogène, le fluor et des dopants. On peut en outre procéder à une diffusion de l'espèce gazeuse implantée ou des espèces gazeuses implantées. L'implantation peut être suivie d'un traitement thermique pour permettre de faire évoluer les défauts.  
30 L'implantation par bombardement peut être notamment réalisée au travers de la surface du substrat, la région comprise entre la surface du substrat et la couche de défauts fournissant ladite couche mince.

Eventuellement, la région comprise entre la surface du substrat et la couche de défauts est amincie pour constituer ladite couche mince. L'implantation par bombardement peut aussi être réalisée au travers d'une  
5 ~~couche sacrificielle supportée par ladite surface du~~  
substrat, ladite couche sacrificielle pouvant être ensuite éliminée.

La zone de liaison peut comprendre une interface de collage dont l'énergie de collage est  
10 contrôlée pour permettre l'absorption desdites contraintes. L'énergie de collage peut être contrôlée par préparation de surface et/ou par traitement thermique et/ou par créations de défauts à cette interface. Ces défauts peuvent être créés par exemple  
15 par implantation par bombardement et/ou par défauts de collage. Cette création de défauts permet généralement de fragiliser l'interface de collage. La zone de liaison peut comprendre en outre au moins une couche intermédiaire entre la couche mince et le support. La  
20 couche intermédiaire peut être une couche métallique ou une couche d'un alliage métallique.

Dans une application privilégiée, la couche mince est en un premier matériau cristallin et est destinée à servir de germe pour la croissance  
25 hétéro-épitaxiale d'un deuxième matériau cristallin constituant ladite structure. Cette couche mince peut être une couche précontrainte par introduction d'un élément étranger audit premier matériau cristallin afin de favoriser la compliance dudit substrat. L'élément  
30 étranger peut être introduit par implantation par bombardement et/ou introduit par diffusion. Cette implantation peut être réalisée à travers un oxyde sacrificiel. Cet élément étranger peut être un dopant

de la couche mince. Le premier matériau cristallin peut notamment être un semiconducteur par exemple Si ou GaAs. Un tel substrat compliant peut avantageusement servir à la croissance hétéro-épitaxiale d'un matériau  
5 cristallin choisi parmi GaN, SiGe, AlN, InN et SiC.

### Brève description des dessins

L'invention sera mieux comprise et d'autres  
10 avantages et particularités apparaîtront à la lecture de la description qui va suivre, donnée à titre d'exemple non limitatif, accompagné des dessins annexés parmi lesquels :

- les figures 1A à 1C illustrent un premier  
15 exemple de réalisation d'un substrat compliant selon la présente invention, la zone de liaison étant une couche de microcavités ;

- les figures 2A à 2C illustrent un  
20 deuxième exemple de réalisation d'un substrat compliant selon la présente invention, la zone de liaison comprenant une interface de collage ;

- la figure 3 représente un substrat  
25 compliant selon la présente invention, la zone de liaison comprenant une interface de collage et une couche intermédiaire ;

- la figure 4 représente un substrat  
compliant selon la présente invention, la zone de liaison comprenant une interface de collage entre deux couches intermédiaires ;

30 - la figure 5 est un diagramme illustrant l'évolution de l'énergie de collage, pour un collage  $\text{SiO}_2$ -  $\text{SiO}_2$ , en fonction de la température et de la rugosité de surface.



Description détaillée de modes de réalisation de l'invention

5                   A titre d'exemple préférentiel, le reste de la description va porter sur la réalisation de substrats compliant pour des dépôts de matériaux par hétéro-épitaxie.

10                   Il est possible d'obtenir un film de faible épaisseur à partir d'un substrat dans lequel on réalise une implantation d'espèces (par exemple des ions) susceptibles de créer, à une profondeur voisine de la profondeur moyenne de pénétration des espèces, une couche de défauts délimitant, entre la surface du  
15                   substrat et elle-même, un film de faible épaisseur. Les espèces sont choisies de telle sorte que la couche de défauts créés soit susceptible d'accommoder les contraintes auxquelles le film de faible épaisseur peut être soumis. Le rôle de la couche de défauts est de  
20                   plus de supporter le film de faible épaisseur (action verticale, perpendiculaire à la surface), tout en le laissant libre de contraintes dans le plan horizontal (parallèlement à la surface). Il peut être nécessaire, dans certains cas, d'appliquer un traitement thermique  
25                   au substrat après l'étape d'implantation de façon à faire croître, par exemple, la taille des défauts, de les faire coalescer en amas de taille plus élevée, de modifier leur distribution de façon à rendre la couche plus adaptée à l'accommodement des contraintes.

30                   On choisira préférentiellement des espèces parmi les gaz rares ou l'hydrogène, ou une combinaison des deux, qui sont connus pour permettre la création de défauts de type microcavités. Dans ce cas, on choisira

une dose suffisante pour créer ces microcavités mais plus faible que la dose critique au-dessus de laquelle l'implantation des espèces est susceptible d'induire des déformations de la surface telles que les cloques  
5 (dénommées "blisters" en anglais).--A titre d'exemple, dans le cas du silicium on peut choisir d'implanter des ions hydrogène à une dose de  $3.10^{16}/\text{cm}^2$ . Cependant, il faut préciser que cette dose critique dépend des conditions d'implantation et de la nature du dopage.

10 L'épaisseur du film est déterminée par le choix de l'énergie d'implantation. Afin de réaliser un film très fin (ce qui est nécessaire pour assurer une bonne compliance), on choisira une énergie d'implantation faible. Par exemple, dans le cas du  
15 silicium et des ions hydrogène, on choisira préférentiellement une énergie dans la gamme allant de 1 keV à 10 keV, gamme qui permet de réaliser des films d'épaisseur comprise entre 5 nm et 60 nm. On pourra aussi obtenir l'épaisseur désirée de film par  
20 amincissement (polissage, attaque chimique, oxydation sacrificielle) d'un film obtenu par implantation à une énergie plus élevée que celle qui aurait fourni directement l'épaisseur désirée.

Dans certains cas, il peut être avantageux  
25 d'implanter au travers d'une couche sacrificielle, par exemple une couche d'oxyde de silicium. Dans ce cas, il peut ne plus être nécessaire d'utiliser de très faibles énergies. L'élimination de la couche sacrificielle peut être suffisante pour se retrouver avec un film  
30 superficiel très mince.

Les figures 1A à 1C sont illustratives de ce dernier exemple. La figure 1A représente, vu de côté, un substrat 1, par exemple en silicium

monocristallin, recouvert d'une couche d'oxyde de silicium 2 jouant le rôle de couche sacrificielle. La figure 1B représente une étape d'implantation ionique, par des ions d'hydrogène, du substrat 1 au travers de la couche d'oxyde 2. L'implantation est réalisée dans les conditions définies ci-dessus. On obtient une couche 3 de microcavités ou de microbulles définissant une couche ou film mince 4 adjacente à la couche d'oxyde 2. A cause de la présence de cette couche d'oxyde, l'épaisseur de la couche mince 4 peut être réduite et très précisément ajustée. La couche d'oxyde 2 est ensuite éliminée par attaque chimique et l'on obtient le substrat compliant 5 représenté à la figure 1C où l'ensemble formé par la couche de microcavités 3 et la couche mince 4 (servant de germe pour un matériau à épitaxier) constitue une couche compliant. Eventuellement, on peut procéder à un traitement thermique pour augmenter la taille des microcavités de la couche 3.

Comme indiqué précédemment les forces de collage sont fonction de nombreux paramètres (nature des espèces chimiques en surface, budget thermique fourni, rugosité de surface de départ). Cependant, ces forces peuvent être contrôlées de façon à pouvoir contrôler l'énergie de collage. On pourra donc accommoder ces forces de collage par rapport à la contrainte provoquée par la présence d'une couche mince épitaxiée d'un matériau et induite par des différences de paramètre de maille, de coefficient de dilatation thermique, mais aussi en tenant compte des contraintes induites par le collage par adhésion moléculaire lui-même. A titre d'exemple, dans le cas d'un collage hydrophile de plaques de silicium monocristallin et en

utilisant le procédé de fabrication d'un film mince de matériau semiconducteur tel que défini dans le document FR-A-2 681 472, on peut obtenir une couche très mince de silicium (inférieure à 10 nm) sur une couche d'oxyde de ~~très faible épaisseur~~ (inférieure à 5 nm). L'originalité dans ce cas par rapport au procédé divulgué par le document FR-A-2 681 472 réside dans le contrôle des forces de collage en final, c'est-à-dire après la fracture par recuit à basse température (typiquement 450°C pendant 30 minutes pour une dose implantée d'hydrogène de l'ordre de  $6 \cdot 10^{16} \text{H}^+/\text{cm}^2$ ) et polissage mécano-chimique. Un exemple des forces de collage qui peuvent être obtenues sur les courbes de la figure 5. Par exemple, dans le cas d'un collage de  $\text{SiO}_2\text{-SiO}_2$  avec une rugosité de surface de 6,25 Å rms (mesure AFM sur des surfaces analysées de  $1 \times 1 \mu\text{m}$ ) pour les deux surfaces mises en contact, des énergies de liaison de l'ordre de  $250 \text{ mJ/m}^2$  sont obtenues même après un traitement à 800°C.

Les figures 2A à 2C illustrent cet exemple de réalisation. La figure 2A représente, vu de côté, un substrat 10 en silicium monocristallin dont une face est recouverte d'une très fine couche d'oxyde de silicium 11. On procède, au travers de la couche d'oxyde 11, à une implantation d'ions hydrogène destinée à induire une zone de fracture. On obtient une couche de microcavités 12 définissant entre elle et la couche d'oxyde 11, une région très fine 13 de silicium. La figure 2B montre, vu également de côté, un autre substrat de silicium 14 recouvert d'une fine couche d'oxyde de silicium 15. Les substrats 10 et 14 sont solidarisés par adhésion moléculaire de leurs couches d'oxyde 11 et 15. Ensuite, grâce à un traitement

thermique approprié, on procède à la coalescence des microcavités de la couche 12 pour obtenir une fracture et la séparation du substrat 10 en deux parties. La face libre de la région 13 est polie pour constituer une couche mince destinée à l'hétéro-épitaxie (voir la figure 2C). Les couches d'oxyde 11 et 15 sont liées par l'interface de collage 16.

Il faut préciser que la structure film mince servant de germe/zone de liaison avec interface de collage/substrat peut être obtenue par d'autres méthodes que le procédé décrit dans le document FR-A-2 681 472. On peut citer à titre indicatif les méthodes basées sur le collage par adhésion moléculaire et l'amincissement par rectification et polissage. On peut également utiliser des couches minces reportées par épitaxial lift-off. De nombreux exemples existent dans la littérature, en particulier pour obtenir des films minces de matériaux III-V, comme par exemple le GaAs. On peut aussi avoir recours à l'utilisation d'une poignée support pour transférer les couches minces, servant de germe, de leur substrat de base vers la structure qui va devenir compliant.

Pour contrôler les forces de collage on peut également jouer sur le nombre de défauts de collage (c'est-à-dire des zones non collées) qui sont présentes à cette interface.

Une des solutions proposées précédemment est d'obtenir des forces de collage, entre le film mince qui va servir de germe et le support, assez faibles pour que le film mince puisse absorber des contraintes sans toutefois se décoller.

Une variante à ce procédé consiste à jouer sur ces forces de collage mais aussi sur la présence de

couches intermédiaires. Ces couches intermédiaires pouvant renforcer le caractère compliant de la structure. Plus précisément, on tient compte dans ce cas, non seulement des forces de collage entre le film  
5 -germe et la surface, mais on utilise aussi pour accommoder les contraintes les forces d'adhérence entre les différentes couches ainsi que la nature même des différentes couches minces.

La figure 3 représente, vu de côté, un tel  
10 substrat compliant. Le substrat compliant 20 comprend un support 21, une couche intermédiaire 22 recouverte d'une couche mince 23 destinée à servir de germe pour une hétéro-épitaxie. La couche intermédiaire 22 est liée au support 21 par une interface de collage 24.

15 A titre d'exemple, on peut utiliser comme couche intermédiaire 22 un film métallique dont les propriétés mécaniques (déformation) sont telles qu'il peut encaisser une partie importante des contraintes. Par exemple, on peut utiliser le procédé décrit dans le  
20 document FR-A-2 681 472 pour obtenir le film mince 23 de semiconducteur servant de germe, mais en utilisant pour solidariser le film mince 23 sur la couche intermédiaire 22 un composé métallique à base de Au (95%) - Sn (5%) ou un composé à base de Al (5%) - Cu  
25 (95%). Ces composés métalliques ont la propriété d'être visqueux dans une large gamme de température compatible avec les températures auxquelles sont généralement réalisées les épitaxies (900-1000°C).

Une couche intermédiaire peut également  
30 recouvrir la partie du substrat formant le support proprement dit. C'est ce que montre la figure 4 où le substrat compliant 30 comprend une partie support 31 recouverte d'une première couche intermédiaire 32,

d'une seconde couche intermédiaire 33 et de la couche mince servant de germe 34. L'interface de collage 35 se situe alors entre les deux couches intermédiaires 32 et 33. Ces couches intermédiaires peuvent être de même nature ou de natures différentes.

La fabrication de la couche intermédiaire sur le film mince et éventuellement sur le substrat support se fait avant le transfert de la structure couche intermédiaire/film mince servant de germe sur le substrat support. La couche intermédiaire est un solide de nature amorphe, polycristalline, ou cristalline. Elle peut être formée de une ou plusieurs sous-couches d'un même matériau ou d'un matériau différent et/ou être constituée d'une ou de plusieurs interfaces.

L'élaboration de la couche intermédiaire sur le film mince adaptable et éventuellement sur le substrat support peut être réalisée :

- soit par les techniques classiques de dépôt sous vide de couches minces (évaporation, pulvérisation cathodique, CVD, MBE,...),
- soit par les techniques de dépôt électrochimique (électrolyse, électroless,...),
- soit par les techniques de report de couches minces : collage par adhésion moléculaire puis amincissement, collage puis amincissement par un procédé tel que décrit dans le document FR-A-2 681 472, collage de la couche intermédiaire (déjà conditionnée en couche mince) via une poignée servant de support et élimination de la poignée,
- soit par transformation d'une certaine épaisseur à partir de la surface. Cette transformation peut être par exemple une oxydation ou une nitruration. Si on utilise une oxydation, elle peut être soit

thermique, soit anodique ou obtenue par une autre technique (plasma oxygène, implantation d'oxygène,...). L'oxydation peut être réalisée également par la combinaison de plusieurs techniques d'oxydation,

- 5                   - par une méthode permettant de fabriquer une couche poreuse déformable.

Dans la réalisation d'un substrat compliant, l'épaisseur du film superficiel peut être extrêmement critique. Dans certains cas, il est  
10 nécessaire de pouvoir réaliser des films superficiels de très faible épaisseur. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour amincir des film minces. On peut citer de manière non exhaustive : l'abrasion ionique, la gravure chimique, la gravure assistée par plasma,  
15 l'ablation assistée par laser, la réalisation d'une couche sacrificielle (par oxydation, nitruration du film superficiel...) et retrait par diverses voies de cette couche sacrificielle.

Dans une application où la couche mince  
20 servant de germe est un film de silicium, ce film peut être le film supérieur d'une structure silicium-sur-isolant, réalisé par la technique SIMOX ou par un procédé d'adhésion moléculaire, dit "wafer bonding" en anglais, par exemple un procédé tel que le  
25 procédé décrit dans le document FR-A-2 681 472. Dans ce cas, l'épaisseur du film de silicium avant amincissement est par exemple de l'ordre de 0,2  $\mu\text{m}$ . Un traitement thermique de ce film superficiel de silicium à 1000°C, pendant 70 minutes, en atmosphère de vapeur  
30 d'eau, entraîne la formation d'un film d'oxyde de silicium d'environ 0,4  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. De ce fait, le film superficiel de silicium est aminci jusqu'à une fine épaisseur de l'ordre de 1 nm à quelques dizaines



de nm. Le retrait chimique du film de silice en surface est effectué par attaque à l'acide fluorhydrique à 10% pendant 10 minutes. Cette étape d'amincissement du film de silicium peut être avantageusement complétée dans le cas d'un film très mince de silicium par un traitement thermique, à haute température, de la surface sous atmosphère d'hydrogène. Par exemple, un traitement à une température de l'ordre de 1150°C pendant 10 minutes permet une reconstruction cristalline de surface libre du silicium. Dans le même temps, on met en évidence un amincissement du film de silicium de quelques nanomètres.

Dans l'approche de la compliance, un des principes est de permettre la relaxation des contraintes, liées à l'épitaxie, grâce au(x) film(s) de compliance. Il peut alors être avantageux d'induire avant l'épitaxie une contrainte dans le film superficiel servant de germe, à température ambiante, par une modification des paramètres physiques, voire même de la nature chimique, en fonction du type et de la nature du dépôt qui sera effectué. Ces modifications sont réalisées dans le but de favoriser la relaxation ultérieure des contraintes du dépôt. En effet, une précontrainte du matériau permet de favoriser la génération de dislocations dans le(s) film(s) superficiel(s) de compliance ou aux interfaces de ces films.

En général, l'épitaxie est réalisée à une température de plusieurs centaines de degrés. Le critère d'adaptation de maille n'est donc pas à prendre en compte à la seule température ambiante. Il est important d'estimer le rôle des contraintes d'origine thermique liées par exemple à la différence de

dilatation thermique d'entre les divers films et le support mécanique (substrat).

Dans cette optique, on peut utiliser le fait qu'il est possible de modifier le paramètre cristallin du film superficiel à partir d'une  
5 implantation par bombardement d'un élément dans la matrice cristalline du film superficiel, complétée éventuellement par une diffusion thermique de l'élément. Une variante à l'implantation par  
10 bombardement serait d'utiliser des procédés basés sur la seule diffusion thermique d'éléments, tel que la diffusion de dopant dans le silicium. A titre d'exemple d'implantation ionique, on peut citer celui du bore dans le silicium monocristallin. Celui-ci entraîne une  
15 diminution de la maille cristalline de  $0,014 \text{ \AA}/\%$  atomique de l'espèce introduite. Si le film superficiel est fortement adhérent au support mécanique, le film de silicium sera alors mis dans un état de tension. De la même façon, l'effet d'implantation du germanium sera  
20 d'augmenter la maille cristalline de  $0,0022 \text{ \AA}/\%$  atomique. Si le film superficiel est fortement adhérent au support mécanique, le film de silicium sera alors mis dans un état de compression.

Dans le cas du film mince de silicium, réalisé pour la compliance en amincissant par oxydation sacrificielle comme décrit auparavant, l'implantation  
25 pourra être réalisée avantageusement avant le retrait de l'oxyde. Le film d'oxyde sert alors de film de protection pendant le traitement thermique de diffusion de l'élément implanté. A titre d'exemple, une  
30 implantation de bore à une énergie de l'ordre de  $110 \text{ keV}$ , avec une dose de l'ordre de quelques  $10^{15}/\text{cm}^2$  à quelques  $10^{16}/\text{cm}^2$ , à travers la couche d'oxyde,

d'épaisseur voisine de 0,4  $\mu\text{m}$ , permet d'enrichir en bore le film de silicium très fin, par mise en coïncidence de la profondeur de ce film avec la profondeur d'implantation ionique. Des contraintes de  
5 quelques  $10^8$  MPa peuvent ainsi être générées dans le film mince de silicium.

## REVENDICATIONS

1. Substrat compliant (5,20,30) comprenant un support (1,14,21,31) et au moins une couche mince (4,13,23,34), formée en surface dudit support et destinée à recevoir, de manière solidaire, une structure amenant des contraintes, le support et la couche mince étant reliés l'un à l'autre par une zone de liaison (3; 11,15,16; 24,35) telle que les contraintes amenées par ladite structure sont tout ou partie absorbées par la couche mince et/ou par la zone de liaison.

2. Substrat compliant (5) selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite zone de liaison (3) est une couche de défauts.

3. Substrat compliant (5) selon la revendication 2, caractérisé en ce que la couche de défauts est une couche de microcavités.

4. Procédé de réalisation d'un substrat compliant selon l'une des revendications 2 ou 3, caractérisé en ce que la couche de défauts est créée par implantation par bombardement d'une ou de plusieurs espèces gazeuses.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que les espèces gazeuses sont choisies parmi les gaz rares, l'hydrogène, le fluor et des dopants.

6. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'on procède à une diffusion de l'espèce gazeuse implantée ou des espèces gazeuses implantées.

7. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que l'implantation est suivie d'un traitement thermique.

5 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 4 à 7, caractérisé en ce que ladite implantation est réalisée au travers de la surface du substrat, la région comprise entre la surface du substrat et la couche de défauts fournissant ladite couche mince.

10 9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la région comprise entre la surface du substrat et la couche de défauts est amincie pour constituer ladite couche mince.

15 10. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que l'implantation par bombardement est réalisée au travers d'une couche sacrificielle (2) supportée par ladite surface du substrat, ladite couche sacrificielle étant ensuite éliminée.

20 11. Substrat compliant selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite zone de liaison comprend une interface de collage (16,24,35).

25 12. Substrat compliant selon la revendication 11, caractérisé en ce que l'énergie de collage de l'interface de collage est contrôlée pour permettre l'absorption desdites contraintes.

30 13. Substrat compliant selon la revendication 12, caractérisé en ce que l'énergie de collage est contrôlée par préparation de surface et/ou par traitement thermique et/ou par création de défauts à cette interface.

14. Substrat compliant selon l'une quelconque des revendications 11 à 13, caractérisé en ce que ladite zone de liaison comprend en outre au

moins une couche intermédiaire (22; 32,33) entre la couche mince (23; 34) et le support (21; 31).

15        15. Substrat        compliant        selon        la  
revendication 14, caractérisé en ce que la couche  
intermédiaire (22; 32,33) est une couche métallique ou  
d'un alliage métallique.

10        16. Substrat        compliant        (5,20,30)        selon  
l'une quelconque des revendications 1 à 3 et 11 à 15,  
caractérisé en ce que ladite couche mince (4,13,23,34)  
est en un premier matériau cristallin et est destinée à  
servir de germe pour la croissance hétéro-épitaxiale  
d'un deuxième matériau cristallin constituant ladite  
structure.

15        17. Substrat        compliant        selon        la  
revendication 16, caractérisé en ce que ladite couche  
mince est une couche précontrainte par introduction  
d'un élément étranger audit premier matériau cristallin  
afin de favoriser la compliance dudit substrat.

20        18. Substrat        compliant        selon        la  
revendication 17, caractérisé en ce que l'élément  
étranger est introduit par implantation par  
bombardement et/ou introduit par diffusion.

25        19. Substrat        compliant        selon        l'une des  
revendications 17 ou 18, caractérisé en ce que ledit  
élément étranger est un dopant de la couche mince.

20        20. Substrat        compliant        (5,20,30)        selon  
l'une quelconque des revendications 16 à 19,  
caractérisé en ce que ledit premier matériau cristallin  
est un semiconducteur.

30        21. Application        du        substrat        compliant  
(5,20,30) selon l'une quelconque des revendications 16  
à 20 à la croissance hétéro-épitaxiale d'un matériau  
cristallin choisi parmi GaN, SiGe, AlN, InN et SiC.

1/4

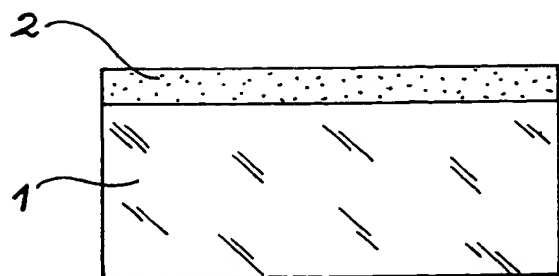


FIG.1A

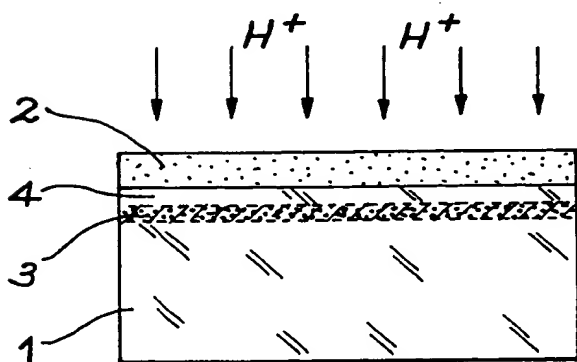


FIG.1B

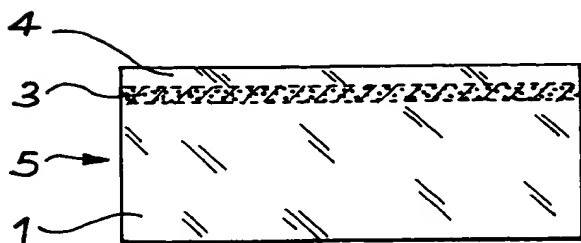


FIG.1C

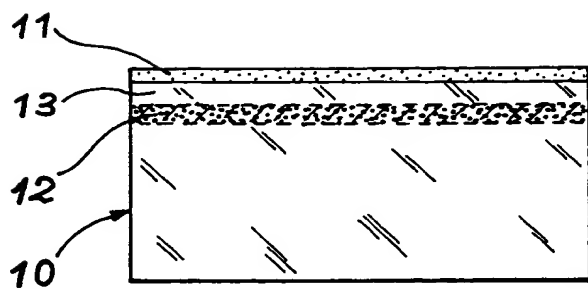


FIG. 2A

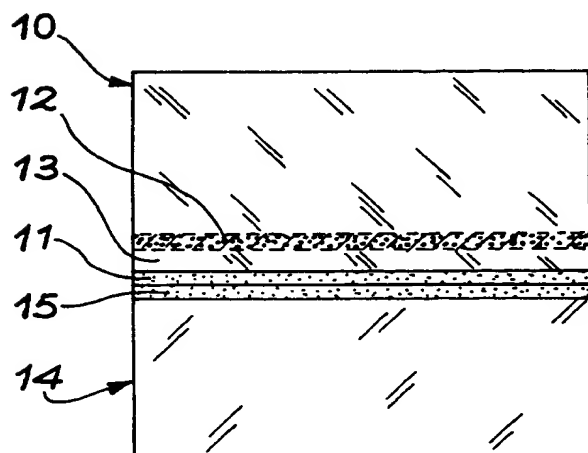


FIG. 2B

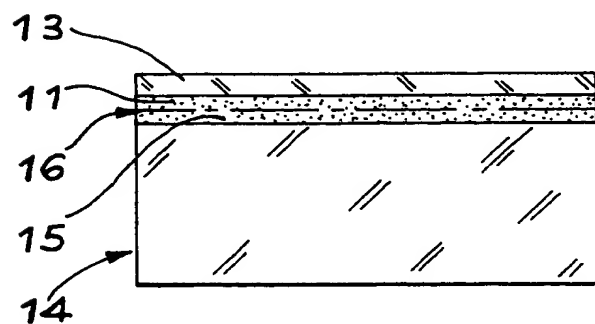


FIG. 2C



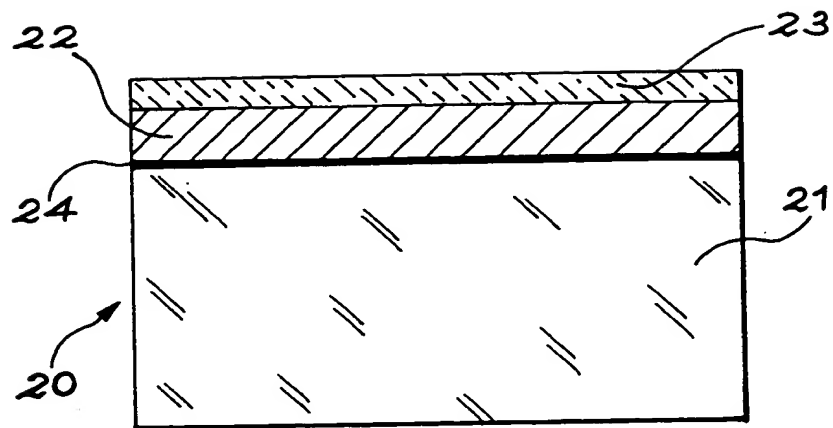


FIG. 3

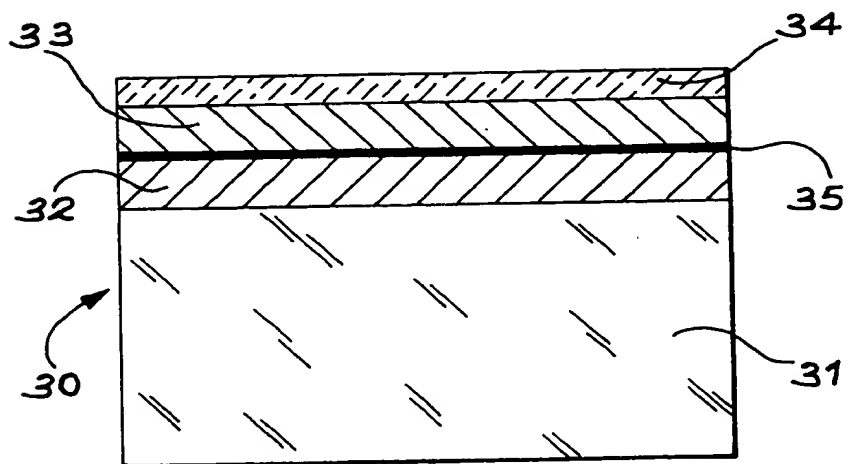


FIG. 4

FIG. 5

